

## بررسی رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی در نانوکامپوزیت فریت‌های

### سخت-نرم در محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz

احمد پوربافرانی\*، محمد حسین شمس

مرکز تحقیقات الکتروسرام، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، شاهین شهر، ایران

دریافت: ۱۳۹۵/۰۸/۲۷ ویرایش نهائی: ۱۳۹۶/۰۳/۱۰ پذیرش: ۱۳۹۶/۰۳/۳۱

#### چکیده

در این تحقیق جذب امواج الکترومغناطیسی در محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz در نانوکامپوزیت‌های فریت‌های سخت و نرم مغناطیسی بررسی شده است. این کامپوزیت‌ها شامل دو فاز مغناطیسی متفاوت با درصدهای وزنی مختلف هستند که در آنها فاز مغناطیسی سخت (هگزافریت استرانسیوم) در کنار فاز مغناطیسی نرم (فریت کبالت-روی) قرار می‌گیرد. آنالیز پراش پرتو X از نمونه‌ها نشان می‌دهد که فاز خالصی از فازهای مغناطیسی موردنظر شکل گرفته است. بررسی قسمت‌های حقیقی و موهومی گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی مختلط نمونه‌ها در محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz چگونه پاسخ امواج الکترومغناطیسی به این نمونه‌ها را در این محدوده فرکانسی نشان می‌دهد. اتلاف بازتابی برحسب فرکانس، نشان‌دهنده این رفتار جذبی در نمونه‌ها می‌باشد.

**کلیدواژگان:** جذب امواج مایکروویو، نانوکامپوزیت فریت‌های سخت و نرم، اتلاف بازتابی، خواص ساختاری

#### مقدمه

نوع Z با فاز  $\alpha$ -Fe و ساختارهای کامپوزیتی  $(\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{ZnFe}_2\text{O}_4)$  بررسی شده‌اند [۹-۱۱]. نتایج این بررسی‌ها نشان می‌دهند که در نانوکامپوزیت‌های مواد سخت و نرم مغناطیسی، جفت‌شدگی تبادلی در بین نانوذرات و برهم‌کنش ناشی از این دو فاز، تا حد زیادی مغناطش و میدان وادارندگی کامپوزیت را تحت تأثیر قرار می‌دهند و در نتیجه برهم‌کنش تبادلی بین فازهای سخت و نرم مغناطیسی، خواص جذب مایکروویو در این گروه از کامپوزیت‌ها بهبود می‌یابد [۲۰-۱۲].

فریت کبالت-روی با ساختار بلوری اسپینلی یکی از مواد مغناطیسی نرم بوده و به‌عنوان ماده جذب

فریت‌های با ساختار شش‌گوشی نظیر هگزافریت استرانسیوم یکی از مهم‌ترین مواد به‌منظور استفاده در جاذب‌های مایکروویو و فرکانس‌های در حد GHz هستند، چرا که مغناطش اشباعی بالا، میدان ناهمسانگردی بزرگ و اتلاف مغناطیسی بالایی در این محدوده فرکانسی دارند [۸-۱]. در سال‌های اخیر تلاش‌های فراوانی به‌منظور ساخت جاذب‌های پهن باند با ضخامت کم از مواد کامپوزیتی انجام شده است، زیرا یک ماده به‌تنهایی قادر به برآوردن این ملزومات نیست. به‌منظور بهبود خواص مغناطیسی و جذب امواج الکترومغناطیسی در مواد مغناطیسی، کامپوزیت‌های جدیدی نظیر کامپوزیت فریت‌های

\*نویسنده مسئول: a.poorbafrani@gmail.com

باز نشر این مقاله با ذکر منبع آزاد است.

مایکروویو به طور گسترده مورد مطالعه قرار گرفته است. فریت کبالت-روی مغناطش اشباعی بزرگ و حد اسنوک بالا داشته و در نتیجه دارای تراوایی مغناطیسی مختلط بزرگ روی یک ناحیه فرکانسی گسترده است. این خاصیت، فریت کبالت-روی را به عنوان یک ماده جاذب با ضخامت کم، در نواحی فرکانسی بالا مطرح می سازد [۲۴-۲۱].

در این پژوهش، پس از ساخت و بررسی خواص ساختاری؛ گذردهی الکتریکی، تراوایی مغناطیسی و اتلاف بازتابی نانوکامپوزیت های حاصل از فریت های سخت و نرم مغناطیسی با ساختار شیمیایی  $SrFe_{10.5}O_{16.75}/Co_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$  و با درصد های وزنی مختلف مورد مطالعه قرار گرفته است.

### کارهای آزمایشگاهی

در این تحقیق، به منظور ساخت نانوکامپوزیت (NC) فریت های سخت و نرم مغناطیسی، از نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم (SF) با فرمول شیمیایی  $SrFe_{10.5}O_{16.75}$  و فریت کبالت-روی (CZF) با فرمول  $Co_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$  استفاده شد. هر یک از این دو ماده بر اساس روش سل-ژل و با استفاده از نیترات های مواد اولیه مورد نظر در هر ترکیب تهیه شده اند.

برای تهیه نانوذرات فریت استرانسیوم به روش سل-ژل، با توجه به استوکیومتری مورد نظر، جرم مورد نیاز هر یک از مواد اولیه محاسبه و توزین شده اند. نیترات آهن و نیترات استرانسیوم را در حجم مناسبی از آب یون زدایی شده<sup>۱</sup> حل کرده و به این ترتیب محلول اولیه به دست می آید. پس از حل کردن مواد اولیه، محلول پایه ای تهیه شد که در واقع به عنوان محیط واکنش کمپلکس دهنده هاست. در این تحقیق محلول پایه شامل اتیلن دی آمین تتر استیک اسید (ترکیب EDTA)<sup>۲</sup> و

اسید سیتریک است که نسبت مولی EDTA و اسید سیتریک به مجموع مقدار مول یون های فلزی ۱:۱ انتخاب شده است. ترکیب EDTA، عامل کمپلکس دهنده مناسبی است که نقش تیتراکنندگی دارد و با یون های فلزی، صرف نظر از بار آن ها، به نسبت ۱:۱ ترکیب می شود. محل اتصال ذره با یون مرکزی را دندان می گویند که بین اوربیتال های خالی  $P$  از کاتیون های فلزی و الکترون های  $N^-$  و  $O^-$  ایجاد می شود. در مورد فلزات دو ظرفیتی، پیوند چهاردندانه و برای کاتیون های سه ظرفیتی پیوند پنج دندانه تشکیل می شود. در ساخت نمونه فریت استرانسیوم، ابتدا بایستی EDTA در آب یون زدایی شده حل شود ولی با توجه به اینکه EDTA در آب حل نمی شود به آن محلول آمونیاک اضافه می کنیم. pH مناسب برای این محلول ۹-۶ است. سپس محلول نیترات ها با استفاده از دکانتور به صورت قطره قطره روی همزن مغناطیسی و در دمای  $50^{\circ}C$  به محلول پایه اضافه شده و برای جلوگیری از رسوب کاتیون ها در این مرحله از محلول آمونیاک استفاده شد. افزودن نیترات ها به صورت قطره قطره باعث می شود تا واکنش های تشکیل کمپلکس بهتر صورت گرفته و ژل یکنواخت تری شکل گیرد. سپس اسید سیتریک روی همزن مغناطیسی در دمای  $50^{\circ}C$  به محلول اضافه شد. pH محلول را با کمک محلول آمونیاک روی ۷ تنظیم نموده و دمای محلول را به آرامی تا دمای  $80^{\circ}C$  بالا بردیم. محلول در این دما باقی می ماند تا ژل تشکیل شود. در طی فرآیند ژل شدن با افزایش دما گروه های نیترو، مربوط به نمک های فلزات و همچنین پروتون های بیرونی<sup>۳</sup> اسید سیتریک از ژل خارج می شوند و این باعث خروج گاز می گردد. خروج گاز مانع از چسبیدن ذرات به یکدیگر می شود، لذا اندازه ذرات کوچک

<sup>3</sup> outer protons

<sup>1</sup> deionized water

<sup>2</sup> ethylene diamine tetra-acetic acid (EDTA)

همزن قرار دارد، افزوده شده و پس از آن به‌منظور یکنواختی کامل محلول عمل هم‌زدن به‌مدت ۳ ساعت ادامه یافت. از آنجا که PVA ماده خشتی است تغییری در pH محلول نهایی ایجاد نمی‌کند. همچنین لیگاندهای قطبی هیدروکسیل در زنجیره طولانی از مولکول‌های PVA می‌توانند یون‌های فلزی در محلول را جذب کنند و از کنار هم قرار گرفتن یون‌های فلزی جلوگیری کنند. سپس با افزایش دما تا  $70^{\circ}\text{C}$ ، تبخیر محلول تا رسیدن به ژل یکنواخت به‌مدت ۸ ساعت انجام شد. به این دلیل که یون‌های فلزی به‌وسیله پلیمر احاطه می‌شوند، فرآیند تبخیر به‌کندی صورت می‌گیرد. در ادامه دما را تا  $80^{\circ}\text{C}$  افزایش داده و با خشک‌شدن ژل، پودر اولیه شکل گرفت. با تکلیس این پودر در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  به‌مدت زمان ۲ ساعت فاز نهایی فریت کبات-روی حاصل شد.

پس از اینکه فازهای مغناطیسی تهیه شدند و از خلوص فازهای مورد نظر اطمینان حاصل شد، این دو فاز به‌نسبت درصدهای وزنی CZF/SF با نسبت‌های  $90/10$ ،  $70/30$ ،  $50/50$ ،  $30/70$  و  $10/90$  با یکدیگر مخلوط شده و به‌مدت نیم ساعت توسط هاون دستی، آسیا شدند و سپس پودرهای حاصله در داخل کوره در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  به‌مدت ۳ ساعت قرار گرفته تا فاز کامپوزیتی مورد نظر شکل گیرد. نام‌گذاری نمونه‌های کامپوزیتی نیز بر اساس همین درصدهای وزنی به‌ترتیب به‌صورت‌های CZF $_{90}$ /SF $_{10}$ ، CZF $_{70}$ /SF $_{30}$ ، CZF $_{50}$ /SF $_{50}$ ، CZF $_{30}$ /SF $_{70}$  و CZF $_{10}$ /SF $_{90}$  انجام شده است.

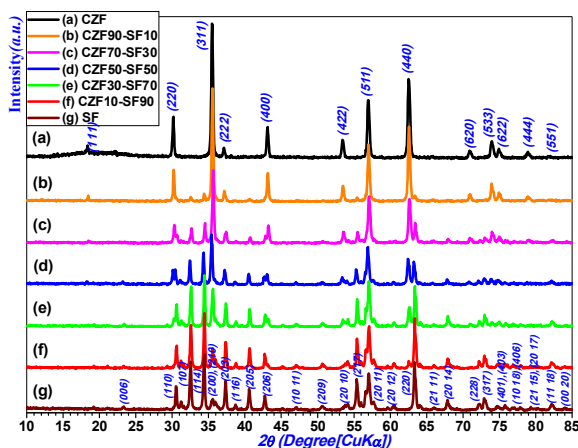
آنالیز پراش پرتو X به‌منظور شناسایی فازهای نمونه‌ها، به‌وسیله دستگاه پراش پرتو X (XRD)<sup>۲</sup> با لامپ از نوع Cu-K $\alpha$  انجام گردید. به‌منظور بررسی ریزساختار

می‌ماند. ژل به‌مدت ۱۲ ساعت در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  نگه داشته شد و پس از آن دما را طی مدت زمان ۴ ساعت به دمای  $200^{\circ}\text{C}$  رساندیم و در این دما نگه داشته تا ژل موجود در سطح بالای داخل بشر با دریافت دمای کافی خشک شود. پودر اولیه پس از سایش در هاون دستی به‌مدت ۲۵-۲۰ min، داخل کوره در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  قرار گرفت. به این ترتیب که ابتدا با نرخ گرمادهی  $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  به دمای  $500^{\circ}\text{C}$  رسیده و پس از آن با نرخ گرمادهی  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  به دمای  $850^{\circ}\text{C}$  می‌رسد و در این دما به‌مدت ۱۲۰ min باقی می‌ماند.

به‌منظور ساخت نانوذرات فریت کبات-روی، از پلی‌وینیل الکل (PVA)<sup>۱</sup> به‌عنوان عامل کمپلکس‌ساز استفاده شد. در ابتدا PVA (مرک با خلوص ۹۹٫۵ درصد) به‌مقدار ۳ درصد وزنی در آب یون زدایی شده حل شد. انتخاب این درصد بر اساس کارهای انجام شده در این زمینه در سال‌های اخیر بود که بر اساس آن‌ها مغناطش اشباعی بالایی برای نانوذرات فریت مورد نظر در این درصد به‌دست می‌آید [۲۷-۲۵]. انحلال PVA در آب یون زدایی شده به‌کندی صورت گرفته و حتی این درصد کم از این ماده به‌مدت زمان ۲۰ ساعت نیاز داشته و در ضمن دمای محلول در هنگام هم‌زدن باید تا حدود  $70^{\circ}\text{C}$  افزایش داده شود و در صورت تبخیر آب، پس از انحلال کامل PVA به‌حجم مورد نظر اولیه رسانده شود. سپس نیترات آهن (مرک با خلوص ۹۹٫۰ درصد)، نیترات کبات (مرک با خلوص ۹۹٫۵ درصد) و نیترات روی (مرک با خلوص ۹۹٫۰ درصد) به‌طور جداگانه در حجم مناسبی از آب یون زدایی شده در دمای حدود  $40^{\circ}\text{C}$  حل شد و با اضافه کردن این سه محلول به‌یکدیگر محلولی از نیترات‌ها ساخته شد. محلول نیترات‌ها در مدت زمان ۵ ساعت با آهنگ کند به‌محلول PVA که در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  روی

<sup>۲</sup>X-ray diffraction<sup>۱</sup> poly vinyl alcohol

شده و در نتیجه پهنای قله‌ها در نصف بیشینه افزایش می‌یابند.



شکل ۱. الگوی XRD مربوط به فریت کبالت-روی، فریت استرانسیوم و کامپوزیت‌های آن با درصد‌های وزنی مختلف.

اندازه بلورک‌ها از روی الگوی XRD بر طبق رابطه شرر به دست آمده است. طبق رابطه شرر، اندازه متوسط بلورک‌ها توسط رابطه ۱ به دست می‌آید:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad 1$$

که  $D$ ،  $\theta$  و  $\beta$  به ترتیب اندازه متوسط بلورک‌ها، طول موج پرتو X اعمال شده، زاویه براگ و پهنای قله در نصف بیشینه می‌باشند. برای محاسبه اندازه بلورک‌ها بر طبق این رابطه در فریت کبالت-روی، سه قله عمده (۳۱۱)، (۵۱۱) و (۴۴۰) انتخاب شده و پس از محاسبه اندازه بلورک از هر یک از آنها، میانگین مربوطه محاسبه و گزارش شده است. اندازه متوسط بلورک‌ها در فریت کبالت-روی در حدود ۳۲ nm و در فریت استرانسیوم در حدود ۷۵ nm بودند.

به علاوه محاسبه ثابت‌های شبکه و حجم سلول واحد مربوط به نمونه‌ها نیز انجام شد. در مورد فریت کبالت-

نمونه‌ها از آنالیز FESEM کمک گرفته شد و برای بررسی گروه‌های عاملی موجود در کامپوزیت‌ها نیز از الگوی FTIR<sup>۲</sup> استفاده کردیم. برای اندازه‌گیری گذردهی الکتریکی، تراوایی مغناطیسی و اتلاف بازتابی نمونه‌ها در محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz از تحلیل‌کننده شبکه (VNA)<sup>۳</sup> استفاده شد. بدین منظور پارافین با درصد‌های وزنی متفاوت ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ با کامپوزیت‌های حاصل از دو فاز مخلوط شده و به شکل حلقه‌های استاندارد با قطر داخلی ۳ mm، قطر خارجی ۷ mm و ضخامت‌های متفاوت پرس شدند.

## نتایج و بحث

شکل ۱ نشان‌دهنده پراش پرتو X مربوط به نانوذرات فریت کبالت-روی، هگزافریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های حاصل از ترکیب این دو نمونه با درصد‌های وزنی مختلف هستند که در دمای ۸۰۰°C تکلیس شده‌اند. در هر یک از نمونه‌ها، فاز نسبتاً خالصی از نمونه مورد نظر شکل گرفته و در حد دقت دستگاه پرتو X، هیچ‌گونه ناخالصی در ساختار نمونه‌ها حتی پس از تشکیل نانوکامپوزیت نیز وجود ندارد. ساختار شش‌گوشی هگزافریت استرانسیوم و ساختار اسپینلی فریت کبالت-روی توسط الگوهای XRD تأیید می‌شوند. با افزایش درصد فریت کبالت-روی در ساختار نانوکامپوزیت، از شدت قله‌های مربوط به هگزافریت استرانسیوم کاسته شده و شدت قله‌های مربوط به فریت کبالت-روی افزایش می‌یابند که بیانگر افزایش فازی ساختار مربوط به فریت کبالت-روی نسبت به هگزافریت استرانسیوم در نانوکامپوزیت مورد نظر است. به علاوه افزایش تعداد نانوذرات فریت کبالت-روی با اندازه‌های خیلی کوچک، سبب افزایش درصد فریت کبالت-روی در ساختار نانوکامپوزیت

<sup>3</sup>vector network analyzer

<sup>1</sup> field emission scanning electron microscopy

<sup>2</sup> Fourier transform infra-red

جدول ۲ مشخص شده است. این پارامترها با نتایج ارائه شده در سایر مقالات نیز هم‌خوانی دارند [۳۰].

جدول ۲. پارامترهای شبکه و حجم سلول واحد در نمونه فریت استرانسیوم با ساختار  $\text{SrFe}_{10.5}\text{O}_{16.75}$ .

صفحه ( $hkl$ )	زاویه $\theta$ برحسب درجه	ثابت شبکه $a$ ( $\text{\AA}$ )	ثابت شبکه ( $\text{\AA}$ ) $c$	حجم سلول واحد ( $\text{\AA}^3$ ) $V$
(۱۱۰)	۱۵,۲۶۲۵	۵,۸۵۲	۲۲,۹۲۵	۶۷۹,۹۰۶
(۱۰۷)	۱۶,۲۶۲۵			
(۲۲۰)	۳۱,۶۶۲۵	۵,۸۶۹	۲۲,۵۴۲	۶۷۲,۴۳۷
(۱۱۴)	۱۷,۲۱۲۵			
مقادیر میانگین		۵,۸۶۰	۲۲,۷۳۴	۶۷۶,۱۷۲

به‌منظور بررسی ریزساختار نمونه‌ها از آنالیز FESEM در میدان ۲۰ kV استفاده شده است. تصاویر ۲ به‌ترتیب مربوط به فریت استرانسیوم، فریت کبالت-روی و کامپوزیت این دو ترکیب با نسبت درصد وزنی فریت کبالت-روی به فریت استرانسیوم به‌صورت ۵۰/۵۰ هستند. شکل ذرات در نمونه فریت استرانسیوم تا حدودی در تطابق با سلول واحد آن و به‌شکل هشت‌وجهی بوده ولی در فریت کبالت-روی تقریباً شکلی شبه‌کروی دارند.

روی که دارای ساختار مکعبی است، ثابت شبکه از رابطه ۲ به‌دست می‌آید [۲۸]:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2} \quad ۲$$

که از ترکیب این رابطه با رابطه براگ به‌رابطه زیر خواهیم رسید [۲۸]:

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad ۳$$

با استفاده از رابطه ۳ برای طول موج  $\text{Cu-K}\alpha$  با مقدار  $1,5406 \text{\AA}$ ، پارامتر شبکه مربوط به ساختار مکعبی فریت کبالت-روی با میانگین‌گیری روی صفحات مختلف، مقدار  $1,384 \text{\AA}$  به‌دست آمد که در جدول ۱ نشان داده شده است. این مقدار با مقادیر گزارش شده در مقالات مربوطه توافق بسیار خوبی دارد [۲۹].

جدول ۱. پارامتر شبکه و حجم سلول واحد در نمونه فریت کبالت-روی با ساختار  $\text{Co}_{0.6}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ .

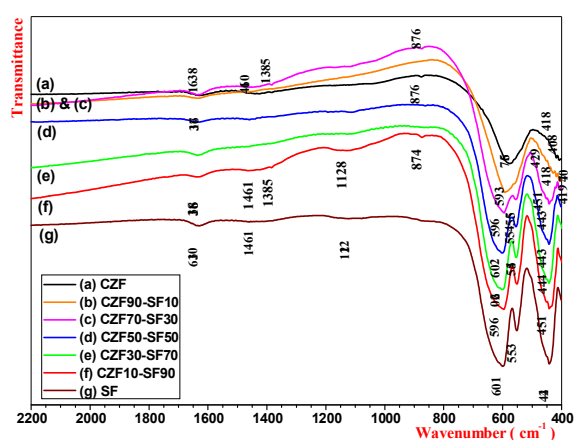
صفحه ( $hkl$ )	زاویه $\theta$ برحسب درجه	ثابت شبکه ( $\text{\AA}$ ) $a$	حجم سلول واحد ( $\text{\AA}^3$ ) $V$
(۳۱۱)	۱۷,۷۳۷۵	۸,۳۸۶	۵۸۹,۷۴۵
(۴۴۰)	۳۱,۲۶۲۵	۸,۳۹۶	۵۹۱,۸۵۸
(۲۲۰)	۱۵,۰۸۷۵	۸,۳۷۰	۵۸۶,۳۷۶
مقادیر میانگین		۸,۳۸۴	۵۸۹,۳۲۶

فریت استرانسیوم دارای ساختار شش‌گوشی است و در این گونه ساختارها، ثابت شبکه از رابطه ۴ به‌دست می‌آید [۲۸]:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \frac{(h^2 + hk + k^2)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad ۴$$

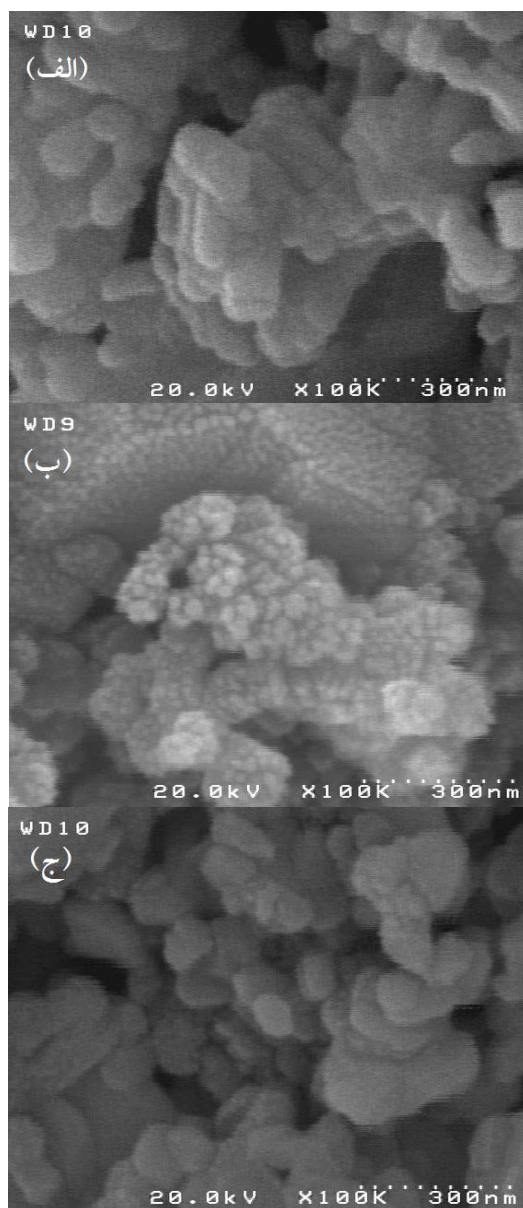
با استفاده از رابطه ۴ و رابطه براگ برای طول موج  $\text{Cu-K}\alpha$ ، پارامترهای شبکه ( $a$  و  $c$ ) مربوط به ساختار شش‌گوشی فریت استرانسیوم، به‌ترتیب مقادیر  $5,860 \text{\AA}$  و  $22,734 \text{\AA}$  به‌دست آمدند که پارامترهای مورد نظر در

آشکار شده‌اند [۳۱]. پیوندهای مربوط به اعداد موج در مقادیر ۴۰۸، ۴۱۸ و  $576 \text{ cm}^{-1}$  نیز مختص ارتعاشات کششی پیوندهای فلزی با اکسیژن در فريت کبالت-روی هستند که در الگوی این ساختار با شدت‌های مختلف ظاهر شده و با افزایش درصد یک فاز نسبت به فاز دیگر، جابه‌جایی کمی در موقعیت پیوندها از یک ساختار به ساختار دیگر اتفاق می‌افتد که در نتیجه آن اعداد موج جابجا شده و الگوهای دو ساختار با یکدیگر هم‌پوشانی دارند. پیوندهای مربوط به اعداد موج در محدوده  $1638-1630 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به مدهای خمشی گروه‌های هیدروکسیل هستند که به دلیل شدت ناچیز، به مقدار کمی در ساختار ماده حضور دارند [۲۹ و ۳۲]. سایر پیوندهای مربوط به مواد آلی در ساختار این الگو نیز وضعیت مشابهی دارند.



شکل ۳. تحلیل FTIR (a) فريت کبالت-روی، (b-f) نانوکامپوزیت‌های حاصل از دو فاز با نسبت درصدهای وزنی مختلف، (e) هگزافريت استرانسیوم.

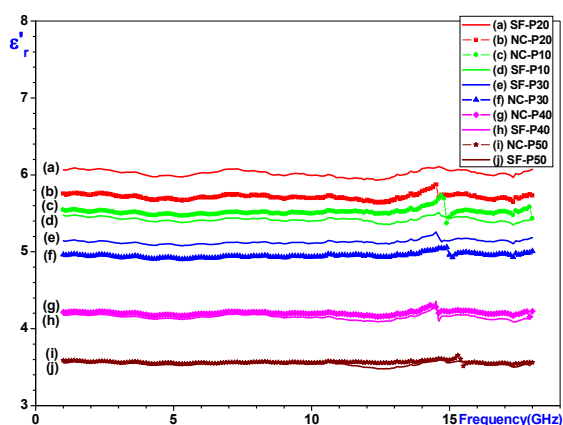
به کمک اندازه‌گیری قسمت‌های حقیقی و موهومی گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی نانوکامپوزیت‌های فريت استرانسیوم/ فريت کبالت-روی، چگونگی پاسخ این نمونه‌ها به فرکانس‌های میکروویو در محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz مورد بررسی قرار گرفت. این اندازه‌گیری به کمک روش



شکل ۲. تصاویر FESEM (الف) هگزافريت استرانسیوم، (ب) فريت کبالت-روی، (ج) نانوکامپوزیت حاصل از دو فاز با نسبت درصدهای وزنی ۵۰/۵۰.

شکل ۳ نشان دهنده تحلیل FTIR مربوط به نمونه فريت کبالت-روی، هگزافريت استرانسیوم و کامپوزیت‌های حاصل از آنها با درصدهای وزنی مختلف است. پیوندهای مربوط به اعداد موج در بازه‌های ۴۵۱-۴۴۲، ۵۵۳-۵۵۵ و  $602-593 \text{ cm}^{-1}$  که مختص ارتعاشات کششی پیوندهای فلزی با اکسیژن (M-O) در ساختار هگزافريت استرانسیوم هستند، در محدوده هر پیوند

از آنجایی که قسمت موهومی گذردهی الکتریکی مسئولیت جذب و اتلاف دامنه میدان الکتریکی موج فرودی را بر عهده دارد. بنابراین منطقی است که برای دستیابی به اتلاف بیشتر در الگوی اتلاف بازتابی نمونه، مقدار موهومی گذردهی نمونه را تا حد ممکن افزایش دهیم. در نانوکامپوزیت‌های بررسی شده، از مقایسه قسمت موهومی گذردهی نمونه‌های نانوکامپوزیت با نمونه‌های فاز سخت خالص در درصد پارافین‌های متفاوت درمی‌یابیم که در بیشتر فرکانس‌ها، نمونه‌های با درصد پارافین ۲۰، بیشترین مقدار موهومی گذردهی الکتریکی را داشته و بنابراین باید این نمونه‌ها وضعیت اتلافی بهتری را به‌خصوص در محدوده‌هایی که قله بلندتری دارند، از خود نشان دهند. به‌علاوه گذردهی الکتریکی نانوکامپوزیت با درصد پارافین ۲۰، در اکثر فرکانس‌ها بیشتر از نمونه هگزا فریت استرانسیوم خالص نیز بوده و بنابراین این نمونه باید وضعیت اتلافی بهتری نسبت به هگزا فریت استرانسیوم خالص داشته باشد.

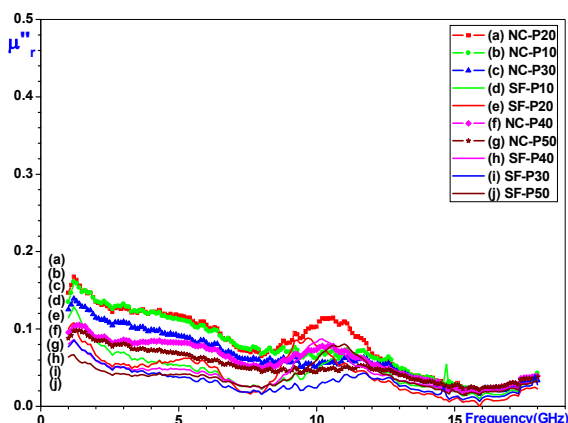


شکل ۴. تغییرات قسمت‌های حقیقی گذردهی الکتریکی فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های فریت استرانسیوم/ فریت کبالت- روی با درصد پارافین متفاوت.

موجبری استوانه هم‌محور و با استفاده از دستگاه مدل ZVK انجام شد. در این روش با اندازه‌گیری ضرایب ماتریس پراکنندگی، قسمت‌های حقیقی و موهومی گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی به‌دست آمده و سپس با کمک گرفتن از نرم‌افزار Matlab، اتلاف بازتابی و میزان جذب نمونه در محدوده ۱-۱۸ GHz محاسبه می‌شود.

شکل‌های ۴ تا ۷ چگونگی تغییرات گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی در نمونه‌های فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های حاصل از دو فاز (فریت استرانسیوم/ فریت کبالت- روی) در محیط پارافین که با درصد‌های پارافین مختلف تهیه شده‌اند را نشان می‌دهند. قسمت‌های موهومی گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی مربوط به پارافین برابر با صفر است ( $\epsilon''_p = \mu''_p = 0$ )، بنابراین پارافین به‌تنهایی در الگوی جذبی نانوکامپوزیت‌ها اثری نخواهد داشت و در حقیقت با تنظیم درصد پارافین، امپدانس ورودی موج به‌درون ماده به‌امپدانس خلأ نزدیک شده و شرایط بهینه برای اتلاف موج به‌خصوص در ۲۰ درصد پارافین فراهم می‌شود. شکل‌های ۴ و ۵، تغییرات قسمت‌های حقیقی و موهومی گذردهی الکتریکی نمونه‌ها برحسب فرکانس را نشان می‌دهند.

در تمام نمونه‌ها رفتار قسمت حقیقی برحسب فرکانس تقریباً ثابت بوده و تنها قله کوچکی در نزدیکی فرکانس ۱۴/۵ GHz وجود دارد. فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های دو فاز با درصد پارافین ۲۰ و ۵۰ به‌ترتیب بیشترین و کمترین مقدار حقیقی گذردهی الکتریکی را دارند و بقیه درصد‌ها در بین این دو قرار می‌گیرند. به‌علاوه در درصد‌های پارافین ۲۰ و ۳۰، قسمت حقیقی نانوکامپوزیت نسبت به فریت استرانسیوم خالص کمتر و در سایر درصد‌ها بیشتر است.

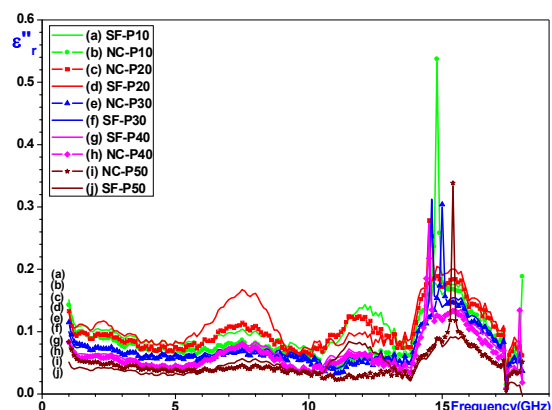


شکل ۷. تغییرات قسمت‌های موهومی تراوایی مغناطیسی فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های فریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی با درصد پارافین متفاوت.

قسمت‌های حقیقی تراوایی مغناطیسی نمونه‌ها دارای نوسان‌های کوچکی در فرکانس‌های مختلف هستند، درحالی‌که قسمت‌های موهومی تراوایی نمونه‌ها عمدتاً دارای سه قله کوچک در فرکانس‌های ۱/۲، ۱۰/۵ و ۱۸ GHz می‌باشند.

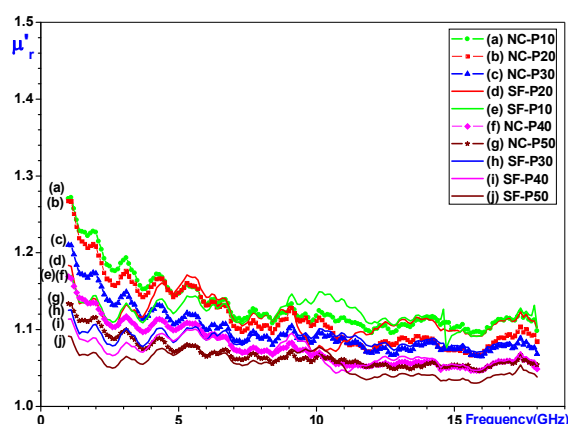
قسمت موهومی تراوایی مغناطیسی، مسئولیت اتلاف دامنه میدان مغناطیسی موج فرودی را بر عهده دارد، بنابراین برای دستیابی به اتلاف بیشتر در الگوی اتلاف بازتابی، مقدار موهومی تراوایی نمونه را باید تا حد ممکن افزایش دهیم. بنابراین با بررسی قسمت‌های موهومی گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی درمی‌یابیم که نمونه نانوکامپوزیت هگزافریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی با درصد پارافین ۲۰، باید بهترین وضعیت را از لحاظ جذب داشته باشد.

به‌منظور بررسی این ادعاها، الگوی اتلاف بازتابی نمونه‌های کامپوزیتی در محیط پارافین با درصد‌های بهینه پارافین ۱۰ و ۲۰ و در ضخامت‌های بهینه، بررسی شدند. در بین نمونه‌های فریت استرانسیوم خالص و نمونه‌های کامپوزیتی، نمونه‌های با ضخامت ۸/۰ mm بیشترین مقدار اتلاف بازتابی را در فرکانس حدود ۱۱ GHz از خود نشان می‌دهند. با کاهش ضخامت در



شکل ۸. تغییرات قسمت‌های موهومی گذردهی الکتریکی فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های فریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی با درصد پارافین متفاوت.

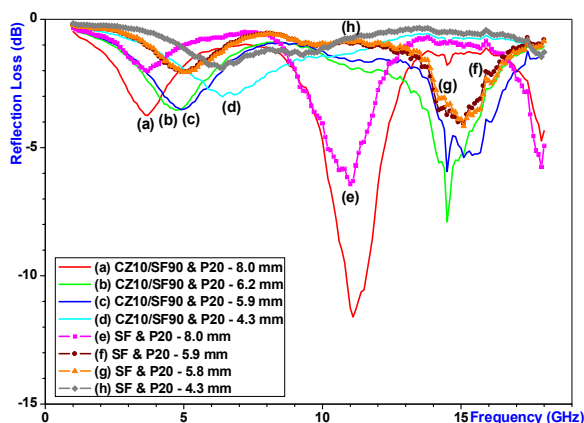
شکل‌های ۶ و ۷، تغییرات قسمت‌های حقیقی و موهومی تراوایی مغناطیسی نمونه‌ها برحسب فرکانس را نشان می‌دهند. رفتار قسمت‌های حقیقی و موهومی تراوایی در هگزافریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌ها با افزایش فرکانس، به‌صورت نزولی همراه با نوسانات زیاد در محدوده کوچکی است. فریت استرانسیوم و کامپوزیت‌ها با درصد‌های پارافین ۱۰ و ۲۰، بیشترین مقدار قسمت‌های حقیقی و موهومی تراوایی مغناطیسی را نسبت به سایر درصد‌ها دارند.



شکل ۹. تغییرات قسمت‌های حقیقی تراوایی مغناطیسی فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت‌های فریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی با درصد پارافین متفاوت.



احتمالاً فرکانس تشدید به سمت فرکانس‌های بالاتر از ۱۸ GHz که امکان اندازه‌گیری آن برای ما میسر نیست، جابه‌جا شده است. این وضعیت در مقالاتی که اخیراً در مورد نانوکامپوزیت‌های تبدیلی سخت و نرم غیرفritی نظیر  $Y_2Fe_{14}B/Fe_3B$  چاپ شده، مورد بررسی قرار گرفته است. در این حالت فرکانس‌های تشدید مربوط به جذب می‌توانند حتی به محدوده‌های فرکانسی بالاتر از باندهای X و Ku یعنی به فرکانس‌های در حدود ۷۰-۳۰ GHz نیز منتقل شوند [۱۶].



شکل ۸. گوی اتلاف بازتابی فریت استرانسیوم و کامپوزیت‌های فریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی با درصد پارافین ۲۰ و ضخامت‌های متفاوت.

### نتیجه‌گیری

در این تحقیق با تحلیل رفتار گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی نانوکامپوزیت‌های هگزافریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی در محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz، میزان اتلاف بازتابی و چگونگی جذب امواج مایکروویو مورد بررسی قرار گرفت. این بررسی‌ها نشان می‌دهند که با تغییر درصد فریت‌ها و درصد پارافین در این کامپوزیت‌ها، میزان اتلاف نسبت به نمونه هگزافریت استرانسیوم خالص تقریباً در تمام ناحیه مورد نظر بهبود می‌یابد و پاسخ جذبی نسبتاً خوبی در باندهای فرکانسی C، X و Ku به‌خصوص در مورد نمونه با ۲۰ درصد پارافین، مشاهده می‌شود. رفتار

تمام نمونه‌ها، فرکانس‌های جذب که در آنها اتلاف بیشینه است، به سمت فرکانس‌های بالاتر جابجا می‌شوند.

نانوکامپوزیت با ۲۰ درصد پارافین، بهترین وضعیت را از لحاظ جذب در نواحی مختلف باندهای فرکانسی X و Ku دارد که با نتایج حاصل از قسمت‌های موهومی گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی توافق کامل داشته و این رفتار برحسب فرکانس در شکل ۸ نشان داده شده است. بر طبق این شکل، موقعیت فرکانس‌هایی که در آنها قسمت موهومی گذردهی الکتریکی یا قسمت موهومی تراوایی مغناطیسی بیشینه است با موقعیت فرکانس‌هایی که در آنها اتلاف بازتابی بیشترین مقدار را دارد، تقریباً یکسان هستند. در محدوده فرکانس‌های پایین در محدوده ۳-۵ GHz سهم اتلاف بیشتر ناشی از اتلاف مغناطیسی است و در فرکانس‌های بالا در حدود ۱۵ GHz که قله‌های مربوط به قسمت موهومی گذردهی الکتریکی قرار دارند، اتلاف بیشتر از نوع اتلاف دی‌الکتریکی است. در فرکانس‌های میانه و در محدوده ۱۰-۱۲ GHz اتلاف ناشی از هر دو نوع مغناطیسی و دی‌الکتریکی است، چرا که قله‌های مربوط به قسمت‌های موهومی تراوایی مغناطیسی و گذردهی الکتریکی در این محدوده قرار دارند. مقادیر به دست آمده برای بیشینه‌های اتلاف بازتابی نانوکامپوزیت‌ها حتی با درصد پارافین ۲۰ که درصد بهینه است، در تمام محدوده فرکانسی ۱-۱۸ GHz کم بوده و بنابراین نانوکامپوزیت‌های هگزافریت استرانسیوم/فریت کبالت-روی جاذب‌های خوبی برای باندهای فرکانسی X و Ku نخواهند بود.

بر طبق نظریه تشدید فرومغناطیسی، فرکانس تشدید فرومغناطیسی در میدان صفر با میدان ناهمسانگردی مغناطیبولوری متناسب است، بنابراین چون نمونه‌های نانوکامپوزیت میدان ناهمسانگردی خیلی بالایی دارند،

- [7] C. Dong, X. Wang, P. Zhou, T. Liu, J. Xie, Microwave magnetic and absorption properties of M-type ferrite  $\text{BaCo}_x\text{Ti}_x\text{Fe}_{12-2x}\text{O}_{19}$  in the Ka band, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **354** (2014) 340-344.
- [8] L. Li, K. Chen, H. Liu, G. Tong, H. Qian, B. Hao, Attractive microwave-absorbing properties of M- $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  ferrite, *Journal of Alloys and Compounds* **557** (2013) 11-17.
- [9] O. Masala, D. Hoffman, N. Sundaram, K. Page, Preparation of magnetic spinel ferrite core/shell nanoparticles: Soft ferrites on hard ferrites and vice versa, *Solid State Sciences* **8** (2006) 1015-1022.
- [10] J.R. Liu, M. Ttoh, K. Machida, Magnetic and electromagnetic wave absorption properties of  $\alpha$ -Fe/Z-type Ba-ferrite nanocomposites, *Journal of Applied Physics Letters* **88** (2006) 062503(1-3).
- [11] H. Yang, T. Ye, Y. Lin, M. Liu, Preparation and microwave absorption property of graphene/ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ / $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanocomposite, *Applied Surface Science* **357** (2015) 1289-1293.
- [12] S. Tyagi, P. Verma, H.B. Baskey, R.C. Agarwala, Microwave absorption study of carbon nano tubes dispersed hard/soft ferrite nanocomposite, *Ceramics International* **38.6** (2012) 4561-4571.
- [13] N. Chen, G. Mu, X. Pan, K. Gan, M. Gu, Microwave absorption properties of  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  composite powders, *Materials Science and Engineering: B* **139.2** (2007) 256-260.
- [14] S. Tyagi, H.B. Baskey, R.C. Agarwala, V. Agarwala, Development of hard/soft ferrite nanocomposite for enhanced microwave absorption, *Ceramics International* **37.7** (2011) 2631-2641.
- [15] X. Shen, F. Song, J. Xiang, M. Liu, Y. Zhu, Shape Anisotropy, Exchange-Coupling Interaction and Microwave جذب امواج در این کامپوزیت‌ها بیشتر ناشی از قسمت‌های موهومی تراوایی مغناطیسی فریت کبالت-روی است. در این کامپوزیت‌ها، فرکانس‌های اصلی جذب در محدوده‌های فرکانسی بالاتر از باندهای X و Ku قرار می‌گیرند.
- ### مرجع‌ها
- [1] J. Jiang, L.H. Ai,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{ZnO}$  hybrid structures: synthesis, characterization and properties, *Journal of Alloys and Compounds* **502** (2010) 488-490.
- [2] M.R. Meshram, N.K. Agrawal, B. Sinha, P.S. Misra, Characterization of M-type barium hexagonal ferrite-based wide band microwave absorber, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **271.2** (2004) 207-214.
- [3] S.M. Abbas, A.K. Dixit, R. Chatterjee, T.C. Goel, Complex permittivity, complex permeability and microwave absorption properties of ferrite-polymer composites, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **309.1** (2007) 20-24.
- [4] A. Ohlan, K. Singh, A. Chandra, Microwave absorption properties of conducting polymer composite with barium ferrite nanoparticles in 12.4-18 GHz, *Applied physics letters* **93.5** (2008) 053114-1.
- [5] Z. Zhang, X. Liu, X. Wang, Y. Wu, R. Li, Effect of Nd-Co substitution on magnetic and microwave absorption properties of  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  hexaferrites, *Journal of Alloys and Compounds* **525** (2012) 114-119.
- [6] H. Bayrakdar, Complex permittivity, complex permeability and microwave absorption properties of ferrite-paraffin polymer composites, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **323.14** (2011) 1882-1885.

- absorber, *Journal of the American Ceramic Society* **97.5** (2014) 1363-1366.
- [23] X. Huang, J. Zhang, W. Rao, T. Sang, B. Song, Tunable electromagnetic properties and enhanced microwave absorption ability of flaky graphite/cobalt zinc ferrite composites, *Journal of Alloys and Compounds* **662** (2016) 409-414.
- [24] P.C. Fannin, C.N. Marin, I. Malaescu, N. Stefu, P. Vlazan, Microwave absorbent properties of nanosized cobalt ferrite powders prepared by coprecipitation and subjected to different thermal treatments, *Materials & Design* **32.3** (2011) 1600-1604.
- [25] M. Sivakumar, S. Kanagesan and et al., Synthesis of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder via PVA assisted sol-gel process, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **23** (2012) 1045-1049.
- [26] W. Li, and L. Fa-Shen, Structural and magnetic properties of  $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  nanoparticles, *Chines Physics B* **17** (2008) 1858-1862.
- [27] A. Hunyek, C. Sirisathikul, P. Harding, Synthesis and Characterization of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  particle by PVA sol-gel method, *Advanced Materials Research* **93-94** (2010) 659-663.
- [28] Y. Waseda, E. Matsubara, and K. Shinoda, *X-ray diffraction crystallography: introduction, examples and solved problems*, Springer Science & Business Media, (2011).
- [29] S. Singhal, T. Namgyal, S. Bansal, Effect of Zn substitution on the magnetic properties of cobalt ferrite nano particles prepared via sol-gel route, *Journal of Electromagnetic Analysis and Applications* **2.6** (2010) 376-381.
- [30] R.K. Sahu, O. Mohanta, A.K. Pramanik, XPS study on the correlation of magnetic properties and site occupancy of Al doped  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , *Journal of Alloys and Compounds* **532** (2012) 114-120.
- Absorption of Hard/Soft Nanocomposite Ferrite Microfibers, *Journal of the American Ceramic Society* **95.12** (2012) 3863-3870.
- [16] T. Maeda, S. Sugimoto, T. Kagotani, N. Tezukaand, Effect of the soft/hard exchange interaction on natural resonance frequency and electromagnetic wave absorption of the rare earth-iron-boron compounds, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **281.2** (2004) 195-205.
- [17] X. Shen, F. Song, X. Yang, Z. Wang, M. Jing, Hexaferrite/ $\alpha$ -iron composite nanowires: Microstructure, exchange-coupling interaction and microwave absorption, *Journal of Alloys and Compounds* **621** (2015) 146-153.
- [18] S. Hazra, B.K. Ghosh, H.R. Joshi, M.K. Patra, R.K. Jani, Development of a novel one-pot synthetic method for the preparation of  $(\text{Mn}_{0.2}\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4)_x-(\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19})_{1-x}$  nanocomposites and the study of their microwave absorption and magnetic properties, *Rsc Advances* **4.86** (2014) 45715-45725.
- [19] M. Mehdipour, H. Shokrollahi, Comparison of microwave absorption properties of  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{NiFe}_2\text{O}_4$ , and  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  particles, *Journal of Applied Physics* **114.4** (2013) 043906.
- [20] S.E. Jacobo, P.G. Bercoff, C.A. Herme, L.A. Vives, Sr hexaferrite/Ni ferrite nanocomposites: magnetic behavior and microwave absorbing properties in the X-band, *Materials Chemistry and Physics* **157** (2015) 124-129.
- [21] J.G. Wan, X.W. Wang, Y.J. Wu, M. Zeng, Y. Wang, Magnetoelectric  $\text{CoFe}_2\text{O}_4\text{-Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$  composite thin films derived by a sol-gel process, *Applied Physics Letters* **86.12** (2005) 122501-122503.
- [22] X. Huang, J. Zhang, S. Xiao, The cobalt zinc spinel ferrite nanofiber: lightweight and efficient microwave

[31] W.Y. Zhao, P. Wei, H.B. Cheng, X.F. Tang, Q.J. Zhang, FTIR Spectra, Lattice Shrinkage, and Magnetic Properties of CoTi-Substituted M-Type Barium Hexaferrite Nanoparticles, *Journal of the American Ceramic Society* **90** (2007) 2095-2103.

[32] S. Rana, J. Philip, B. Raj, Micelle based synthesis of cobalt ferrite nanoparticles and its characterization using Fourier transform infrared transmission spectrometry and thermogravimetry, *Materials Chemistry and Physics* **124.1** (2010) 264-269.

## **Investigation on electromagnetic wave absorption behavior of Hard-Soft ferrite nanocomposite in the frequency range of 1-18 GHz**

**Ahmad Poorbafrani\*, Mohammad Hossein Shams**

Electroceram Research Center, Malek Ashtar University of Technology, Shahin Shahr, Iran

Received: 17.11.2016    Final revised: 31.05.2017    Accepted: 21.06.2017

### **Abstract**

In this study, we investigate the electromagnetic wave absorption of Hard-Soft ferrite nanocomposites in the frequency range of 1-18 GHz. These composites consist of two different magnetic phases with different weight ratios. The hard magnetic phase consists of Strontium Hexaferrite (SF) and the soft magnetic phase consists of Cobalt Zinc Ferrite (CZF). XRD analysis of the samples indicate formation of pure phase for each magnetic phases. Investigation of the real and imaginary parts of complex permittivity and permeability of samples indicate the response of electromagnetic waves to these samples in the frequency range of 1-18 GHz. The reflection loss versus frequency shows this absorbing behavior in the samples.

**Keywords:** Microwave absorption, Hard-Soft ferrite Nanocomposite, Reflection loss, Structural properties.

---

\* Corresponding Author: a.poorbafrani@ph.iut.ac.ir